

Tomasz Majewski¹

Wojskowa Akademia Techniczna, ul. Kaliskiego 2, 00-908 Warszawa

BADANIE STRUKTURY SPIEKU 90W-7Ni-3Fe WYKONANEGO METODĄ REZYSTANCYJNĄ, ODKSZTAŁCANEGO PLASTYCZNIE

Przedstawiono wybrane rezultaty badań spieku 90W-7Ni-3Fe wytworzonego metodą rezystancyjną. Dla porównania w pracy umieszczono również wyniki eksperymentu przeprowadzonego z udziałem materiału wykonanego metodą konwencjonalną (poprzez spiekanie w piecu). Stwierdzono, że przepływ prądu elektrycznego przez proszek przyspiesza wzrost cząstek wolframu, stanowiących fazę umacniającą w tego typu kompozytach, a także powoduje anizotropię ich mikrostruktury. Określono również wpływ wielkości odkształcenia na mikrostrukturę spieków oraz na ich wybrane właściwości. Podczas prób odkształcania zastosowano różne szybkości odkształcenia. Przedstawiono różnice w sposobach pęknięcia badanych próbek dla poszczególnych wariantów wykonania materiału.

Słowa kluczowe: kompozyty na bazie wolframu, spieki ciężkie, spiekanie rezystancyjne

RESEARCHES OF 90W-7Ni-3Fe (WHA) SINTERS STRUCTURE, PRODUCED BY RESISTANCE METHOD AND INVESTIGATED AFTER PLASTIC DEFORMATION

Tungsten heavy alloys, i.e. tungsten based metal-matrix composites are characterized by unique properties, because except their high hardness, strength and density, they also possess excellent ductility, impact strength, machinability and corrosion resistance. This combination of properties makes these alloys suitable for a wide range of engineering applications, e.g. in the mechanical engineering and in the armament and aviation as well.

This paper contains results of investigations of the 90W-7Ni-3Fe composites obtained by the traditional and resistance methods. The powder compact was heated directly by the applied current in the resistance method and a high heating rate and consequently a short sintering time, which can be achieved. In this paper, the dependence of sintering method and sintering parameters on structure W-Ni-Fe alloys was determined. It was found that increase of sintering time during resistance sintering (Figs 2-4 and Table 1) causes increase of growth rate of tungsten particle and their elongation. In this way the microstructure with very long tungsten grains is observed (Fig. 3), similar to microstructure after plastic deformation (Fig. 5).

At low strain rate (quasistatic) the grains of tungsten elongation is equal in the whole investigated sinters. It was found that there are numerous bands of deformation in the samples investigated under dynamic conditions (Fig. 6). The study also presents relationship between hardness and strain. The increase value of hardness is higher at high strain rate. Moreover it was found that hardness of the resistance sinters is higher for various strains than produced by the traditional method (Fig. 10).

Key words: composites with tungsten matrix, heavy sinters, resistance sintering

WSTĘP

Spieki ciężkie są kompozytami dwufazowymi, składającymi się z okrągłych ziaren wolframu otoczonych fazą wiążącą, która stanowi roztwór wolframu np. w stopie Ni-Fe. Są specyficznym tworzywem konstrukcyjnym, ponieważ charakteryzują się wysokimi właściwościami wytrzymałościowymi, a jednocześnie dużą plastycznością. Dlatego też od wielu lat prowadzone są badania nad zastosowaniem tych materiałów na rdzenie do pocisków przeciwpancernych [1, 2].

Spieki ciężkie wytwarzane są konwencjonalną metodą poprzez prasowanie proszków metali różnymi sposobami, a następnie spiekanie w piecu - wstępnie w temperaturze 1100°C i ostatecznie w temperaturze około 1500°C, w atmosferze wodoru lub w próżni [3, 4].

W pracy przeprowadzono badania nad zastosowaniem do produkcji spieków ciężkich metody spiekania rezystancyjnego, która polega na łączeniu cząstek proszku wskutek przepływu przez nie prądu elektrycznego [5, 6].

PRZYGOTOWANIE PRÓBEK DO BADAŃ

Przedmiotem eksperymentu był materiał spiekany z udziałem fazy ciekłej, zawierający 90% wolframu, 7% niklu i 3% żelaza.

Materiał do badań wykonano przy zastosowaniu następujących wariantów technologii wytwarzania:

¹ dr inż.

- a) proces konwencjonalny (oznaczenie procesu i próbek - **A**) obejmujący następujące operacje: mieszanie proszków metali z ujednorodnieniem, prasowanie izostatyczne na zimno pod ciśnieniem 300 MPa, spiekanie wstępne w atmosferze zdysocjowanego NH_3 w temperaturze do 1180°C w ciągu 2 godzin, spiekanie z fazą ciekłą w próżni w temperaturze 1480°C w ciągu 0,5 godziny,
- b) proces spiekania rezystancyjnego (**B**) obejmujący następujące operacje: mieszanie proszków metali z ujednorodnieniem, prasowanie matrycowe pod ciśnieniem 200 MPa, spiekanie wstępne w atmosferze zdysocjowanego NH_3 w temperaturze do 1180°C w ciągu 2 godzin, spiekanie z fazą ciekłą w atmosferze argonu w temperaturze 1480°C w ciągu 10 minut.

Przyjęte parametry poszczególnych procesów pozwalają uzyskać materiał o optymalnych właściwościach wytrzymałościowych [3, 7]. Dodatkowo przeprowadzono proces B (spiekanie rezystancyjne) przy zastosowaniu czasu spiekania 3, 5 i 20 minut w celu określenia wpływu czasu spiekania na mikrostrukturę próbek.

W dalszej kolejności próbki walcowe o średnicy 4 mm i wysokości 6 mm poddano odkształceniu przy zastosowaniu dwóch szybkości odkształcenia: 10^{-3} s^{-1} (ściskanie quasi-statyczne) na maszynie wytrzymałościowej oraz 10^2 s^{-1} (ściskanie dynamiczne z wykorzystaniem stanowiska na bazie młota Charpy'ego). Badano próbki o różnym stopniu odkształcenia.

WYNIKI BADAŃ

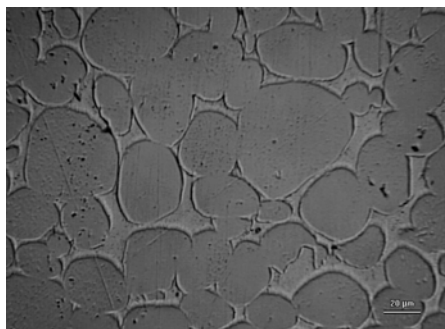
Próbki po spiekanii, a także po odkształceniu przecięto wzdłuż osi i wykonano zglądy metalograficzne. Badania parametrów mikrostruktury spieków ciężkich przeprowadzono z zastosowaniem programu do metalografii ilościowej LUCIA 3.52A/95 prod. Laboratory Imaging. Dokonano pomiarów średniej średnicy ziaren wolframu i ich wydłużenia (ΔL), definiowanego jako stosunek maksymalnej średnicy Ferreta dla danego ziarna do średnicy prostopadłej do niej.

TABELA 1. Średnie wartości parametrów mikrostruktury spieków wykonanych wg wariantów A i B
TABLE 1. Average values of microstructure parameters of sinters made by A and B variants

Badany parametr	Proces A	Proces B
Wyjściowa średnia średnica ziaren wolframu, μm	19,8	11,5
Wyjściowy średni współczynnik wydłużenia ziaren wolframu	1,25	1,42

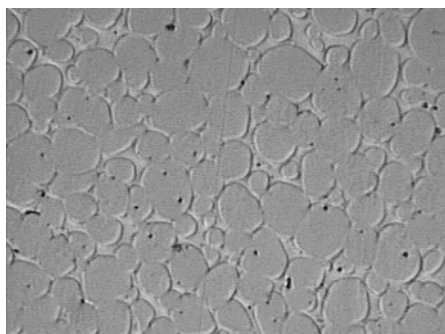
W tabeli 1 podano wartości wybranych parametrów mikrostruktury spieków wykonanych przy zastosowaniu wariantów A i B procesu wytwarzania, a na rysun-

kach 1 i 2 - przykładowe obrazy mikrostruktury tych materiałów. Próbki B charakteryzują się znacznie mniejszą średnicą cząstek wolframu.



Rys. 1. Mikrostruktura spieku 90W-7Ni-3Fe wykonanego wg wariantu A (pow. 500x)

Fig. 1. Microstructure of 90W-7Ni-3Fe sinter made by A variant (500x)



Rys. 2. Mikrostruktura spieku 90W-7Ni-3Fe wykonanego przy zastosowaniu procesu B (pow. 500x)

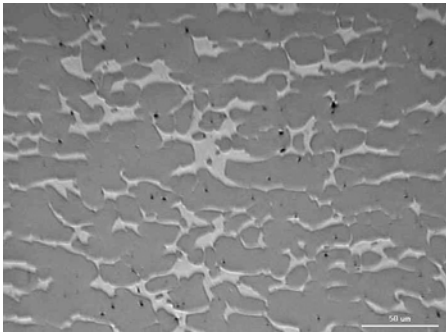
Fig. 2. Microstructure of 90W-7Ni-3Fe sinter made by B variant (500x)

Na rysunku 3 pokazano obraz mikrostruktury (pow. 200x) badanego materiału spiekanego metodą rezystancyjną w czasie 20 minut. Zaobserwowano w tym przypadku wyraźne wydłużanie się ziaren wolframu (co obrazuje również wykres na rys. 4). Kierunek wydłużania ziaren jest zgodny z kierunkiem przepływu prądu przez spiek, czego przyczyną jest to, że spiekanie rezystancyjne zachodzi bardziej intensywnie w kierunku równoległym do przepływu prądu niż w kierunku prostopadłym [7].

Na rysunku 5 przedstawiono mikrostrukturę próbek po odkształceniu quasi-statycznym, a na rysunku 6 po odkształceniu dynamicznym.

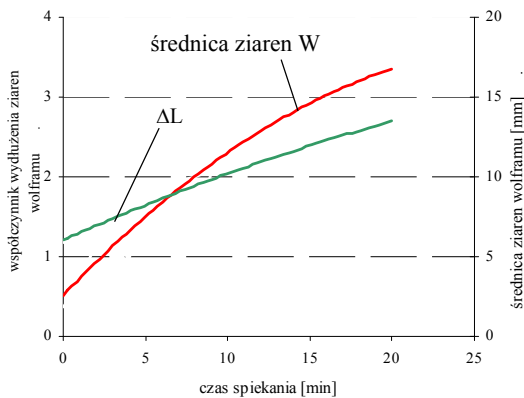
W wyniku odkształcenia plastycznego następuje znaczne wydłużenie ziaren wolframu. Próbki ściskane dynamicznie charakteryzuje występowanie w ich mikrostrukturze koncentracji odkształceń, w wyniku którego powstają pasma odkształcenia o szerokości kilkudziesięciu μm , będące w konsekwencji źródłem powstawania pęknięć. Na rysunku 7 przedstawiono

wpływ wartości odkształcenia na współczynnik wydłużenia ziaren wolframu. Wyraźne wydłużenie tych ziaren występuje dopiero przy większej wartości odkształcenia; w pierwszym etapie odkształca się głównie faza wiążąca.



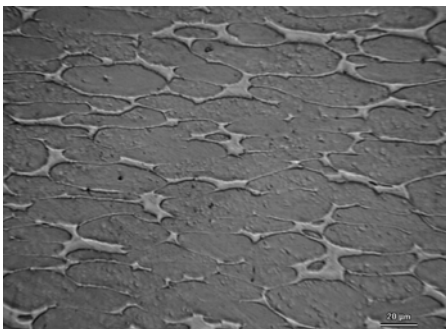
Rys. 3. Mikrostruktura spieku 90W-7Ni-3Fe wykonanego metodą rezystancyjną (czas 20 minut); pow. 200x

Fig. 3. Microstructure of 90W-7Ni-3Fe sinter made by resistance method (sintering time 20 min); 200x



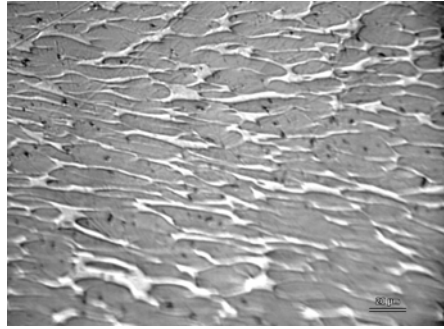
Rys. 4. Wpływ czasu spiekania na średnią średnicę ziaren wolframu i współczynnik wydłużenia ziaren wolframu

Fig. 4. The variation of size and elongation of tungsten grains with sintering time



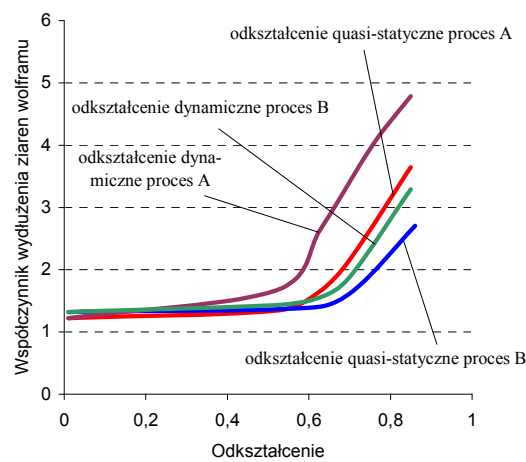
Rys. 5. Mikrostruktura spieku 90W-7Ni-3Fe wykonanego przy zastosowaniu procesu A odkształconego quasi-statycznie (pow. 500x)

Fig. 5. Microstructure of 90W-7Ni-3Fe sinter made by A variant by quasi-static deformation (500x)



Rys. 6. Mikrostruktura spieku 90W-7Ni-3Fe wykonanego przy zastosowaniu procesu B odkształconego dynamicznie (pow. 500x)

Fig. 6. Microstructure of 90W-7Ni-3Fe sinter made by B variant by dynamic deformation (500x)



Rys. 7. Wpływ wartości odkształcenia na współczynnik wydłużenia ziaren wolframu

Fig. 7. The relation between strain and coefficient of elongation of tungsten grains

Podczas odkształcania spieków ciężkich obserwuje się cztery charakterystyczne rodzaje pęknięć [8]:

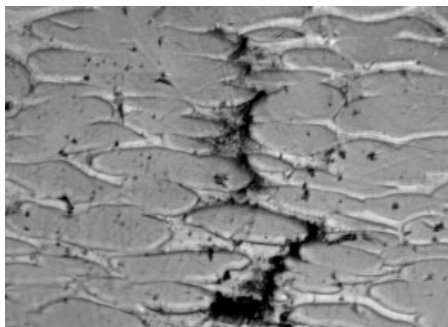
- śródkrystaliczne (przez ziarno wolframu);
- przez fazę wiążącą;
- wzdłuż granicy styku: ziarno wolframu-faza wiążąca;
- wzdłuż granicy styku ziaren wolframu.

Stosunkowo najłatwiejszą drogą pęknięcia jest granica wolfram-wolfram. Dlatego należy tak realizować proces spiekania, aby procentowy udział tych granic w stosunku do granic wolfram-faza wiążąca był jak najniższy. Drugą w kolejności, pod względem energii pęknięcia, jest granica wolfram-faza wiążąca. Aby otrzymać spieki o wysokiej wytrzymałości, granica ta powinna być pozbawiona zanieczyszczeń i wydzielen fazy międzymeta-

Komentarz [TM1]: 52s

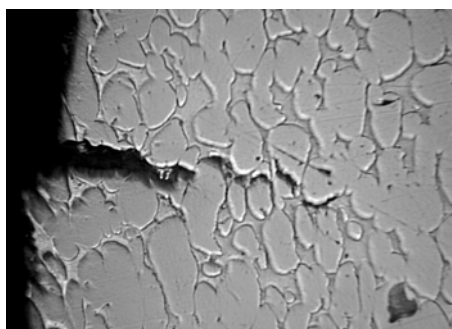
licznych. Wyniki badań dowodzą, że spieki o niskiej wytrzymałości mają przełom, w którym obserwuje się głównie pęknięcia typu wolfram-wolfram oraz wolfram-faza wiążąca, natomiast w materiałach o dużej plastyczności dominują pęknięcia śródkrystaliczne [7-9].

W wyniku obserwacji drogi pęknięcia w spiekach A i B odkształcanych statycznie stwierdzono, że pęknięcia przebiegają głównie wzdłuż granic wolfram-faza wiążąca (rys. 8), przy czym w przypadku tych pierwszych zaobserwowano również pęknięcia śródkrystaliczne.



Rys. 8. Obraz pęknięcia spieku A odkształcanego quasi-statycznie
Fig. 8. Cracks image of A sinter at quasistatic deformation

W przypadku odkształcania dynamicznego zaobserwowano dla obydwu rodzajów próbek zwiększenie udziału pęknięć śródkrystalicznych (rys. 9).

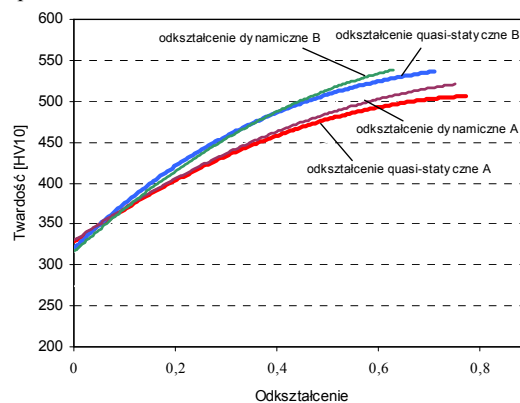


Rys. 9. Obraz pęknięcia spieku A odkształcanego dynamicznie
Fig. 9. Cracks image of A sinter at dynamic deformation

Na rysunku 10 przedstawiono wpływ wartości odkształcenia na twardość badanych spieków w zależności od szybkości odkształcenia.

Stwierdzono, że w przypadku odkształcania zarówno próbek A, jak i B szybszy przyrost twardości następuje podczas odkształcania dynamicznego. Jest to spowodowane bardziej intensywnym umacnianiem materiału (głównie fazy wiążącej spieków ciężkich) wraz ze zwiększeniem szybkości odkształcenia. Oprócz tego zaobserwowano szybszy wzrost twardości próbek wytworzonych metodą rezystancyjną, czego przyczyną

może być mniejsza średnica ziaren wolframu w tych spiekach.



Rys. 10. Wpływ wartości odkształcenia na twardość badanych spieków
Fig. 10. The variation of hardness of investigated sinters with strain

PODSUMOWANIE

Na podstawie przeprowadzonych badań stwierdzono, że wraz z wydłużeniem czasu spiekania rezystancyjnego wzrasta zarówno średnica ziaren wolframu, jak i współczynnik wydłużenia tych ziaren. Również w trakcie odkształcania badanych próbek zwiększa się stopień deformacji ziaren wolframu. Można zauważyć, że proces ten intensyfikuje się przy odpowiednio wysokiej wartości odkształcenia plastycznego. Badania wykazały również, że podczas odkształcania prowadzonego w warunkach quasi-statycznych deformacja ziaren wolframu zachodzi w podobnym stopniu w całej objętości próbki, natomiast podczas badań dynamicznych dość szybko kształtują się pasma odkształcenia, wokół których ziarna wolframu odznaczają się znacznie mniejszym współczynnikiem wydłużenia. Stopień odkształcenia w dużym stopniu wpływa również na twardość spieków ciężkich. Podczas ściskania próbek właściwość ta ulega zwiększeniu, przy czym wzrost jest szybszy dla większej szybkości odkształcenia. Poza tym badania wykazały, że twardość spieku osiąga większe wartości dla materiału wykonanego metodą rezystancyjną.

Niniejsza praca została wykonana w ramach projektu 4 T08A 015 22 finansowanego przez Komitet Badań Naukowych.

LITERATURA

- [1] Ludyński Z., Nita Z., Podstawy technologii wytwarzania spieków ciężkich, Mat. Konf. Nauk. Badania i rozwój nowych materiałów konstrukcyjnych oraz podstaw technologii wyrobów uzbrojenia wojskowego, Kołobrzeg 1997, 15/1-15/20.

- [2] Kleppinger D.H., Potential for Powder Metallurgy Applications in Army Material, Progress in Powder Metallurgy 1971 P/M in Ordnance, Metal Powder Industries Federation, New York 1971, 85.
- [3] Włodarczyk E., Michałowski J., Piętaszewski J., Wpływ czasu spiekania z udziałem fazy ciekłej na niektóre właściwości spieku ciężkiego 90W-7Ni-3Fe, Biuletyn WAT 2002, 3, 109-121.
- [4] German R.M., Critical Developments in Tungsten Heavy Alloys, materiały z konferencji naukowej, Tungsten & Tungsten Alloys - 1992, Arlington, Virginia 1992, 3-13.
- [5] Rajcenko A.I., Osnovy processa spiekaniya poroszkow propuskaniem elektriczeskogo toka, Metalurgija, Moskwa 1987.
- [6] Majewski T., Przetakiewicz W., Wybrane aspekty spiekania elektrycznego proszków, Przegląd Mechaniczny 1998, 16.
- [7] Majewski T., Analiza wpływu parametrów spiekania rezystancyjnego na strukturę i właściwości spieków W-Ni-Fe, Rozprawa doktorska, WAT, Warszawa 2000.
- [8] Ludyński Z., Nowak W., Spieki ciężkie - technologia i właściwości, Metalurgia Proszków, 1995, 2, 24-28.
- [9] Majewski T., Przetakiewicz W., Wpływ spiekania rezystancyjnego na mikrostrukturę spieków W-Ni-Fe, Mat. III Konf. Nauk. Współczesne zagadnienia w materiałoznawstwie i technologii bezwiorowej, Bydgoszcz, czerwiec 2001, 13-20.

Recenzent
Michał Szweycer